

Střední zdravotnická škola
a Vyšší odborná škola zdravotnická
Brno, Merhautova, příspěvková organizace

ABSOLVENTSKÁ PRÁCE

Brno, 2023

Pavla Jarešová

Střední zdravotnická škola
a Vyšší odborná škola zdravotnická
Brno, Merhautova, příspěvková organizace

Diplomovaný farmaceutický asistent

**Stanovení obsahu jodu v oficiálních roztocích
v závislosti na délce a podmínkách uchování**

ABSOLVENTSKÁ PRÁCE

Autor práce: Pavla Jarešová

Vedoucí absolventské práce: Ing. Věra Vyskočilová, Ph.D.

Studijní skupina: DFA 3

Brno, 2023

Prohlašuji, že jsem absolventskou práci vypracovala samostatně s využitím uvedených pramenů a literatury.

.....

Pavla Jarešová

Děkuji paní Ing. Věře Vyskočilové, Ph.D., vedoucí mé absolventské práce, za cenné rady a připomínky, které mi v průběhu psaní poskytla. Dále bych tímto chtěla vyjádřit poděkování Ing. Sylvě Salákové za praktické rady při práci v laboratoři.

Souhlasím s tím, že má absolventská práce a její elektronická kopie může být použita k vnitřním potřebám školy a ke studijním účelům.

Anotace:

Předkládaná absolventská práce se zabývá stanovením obsahu jodu a jodidu draselného v oficiálních roztocích v závislosti na délce a podmínkách uchovávání. Pojednává nejen o použití těchto roztoků v praxi a jejich vlastnostech, ale také o titračních metodách, kterými se obsah obou analytů stanovuje. V další části je sledován obsah jodu a jodidu draselného v těchto roztocích po překročení doby použitelnosti. Pro pokus jsou zvoleny odlišné podmínky skladování, než schvaluje Český lékopis.

Klíčová slova: jod, oficiální roztoky jodu, doba použitelnosti, jodometrie, argentometrie

Annotation:

The presented graduate thesis deals with determining iodine and potassium iodide content in pharmacopoeic solutions according to the length and conditions of storage. It handles the use of these solutions, their properties and the titration methods applied to determine the content of both analytes. The following part is focused on the iodine and potassium iodide content detection after the expiration date. For the experiment, there are different conditions of storage chosen than pharmacopoeia approves.

Keywords: iodine, pharmacopoeic iodine solutions, expiration date, iodometry, argentometry

1	Úvod	8
2	Teoretická část.....	9
2.1	Jod	9
2.1.1	Historie jodu	9
2.1.2	Výskyt jodu v prostředí.....	10
2.1.3	Význam jodu pro organismus	10
2.1.4	Chemické vlastnosti jodu.....	11
2.1.5	Zásady při práci s jodem.....	12
2.1.6	Toxicita jodu	13
2.2	Jodid draselný	14
2.3	Kožní tekutiny.....	15
2.3.1	Jod a jeho lokální účinky	15
2.3.2	Lugolův roztok.....	15
2.3.3	Glycerolový roztok jodu	16
2.3.4	Ethanolický roztok jodu.....	16
2.4	Stanovení obsahu jodu v roztoku	18
2.5	Stanovení obsahu jodidu draselného v roztoku.....	19
3	Experimentální část	21
3.1	Cíl práce	21
3.2	Metodika práce.....	21
3.3	Lugolův roztok	22
3.4	Glycerolový roztok jodu	23
3.5	Ethanolický roztok jodu	23
3.6	Stanovení obsahu jodu	24
3.6.1	Stanovení přesné koncentrace 0,1 mol/l Na ₂ S ₂ O ₃	24
3.6.2	Stanovení obsahu jodu v Lugolově roztoku	25

3.6.3	Stanovení obsahu jodu v ethanolickém roztoku jodu:	26
3.6.4	Stanovení obsahu jodu v glycerolovém roztoku jodu.....	26
3.7	Stanovení obsahu jodidu draselného potenciometricky	28
3.7.1	Stanovení přesné koncentrace 0,1 mol/l AgNO ₃	28
3.7.2	Stanovení obsahu KI v Lugolově roztoku	28
3.7.3	Stanovení obsahu KI v ethanolickém roztoku jodu:	33
3.7.4	Stanovení obsahu KI v glycerolovém roztoku jodu:	33
4	Výsledky.....	35
4.1	Analýza Lugolova roztoku	35
4.1.1	Stanovení obsahu jodu	35
4.1.2	Stanovení obsahu jodidu draselného.....	37
4.2	Analýza ethanolického roztoku jodu.....	39
4.2.1	Stanovení obsahu jodu	39
4.2.2	Stanovení obsahu jodidu draselného.....	41
4.3	Analýza glycerolového roztoku jodu	43
4.3.1	Stanovení obsahu jodu	43
4.3.2	Stanovení obsahu jodidu draselného.....	45
5	Závěr.....	48
6	Bibliografické citace.....	49
6.1	Literární zdroje.....	49
6.2	Elektronické zdroje:	50

1 Úvod

Tématem absolventské práce je „Stanovení obsahu jodu v officinálních roztocích jodu v závislosti na podmínkách a délce uchovávání“. Jod a jeho účinky na organismus jsou známy již od počátku 19. století. Je to důležitý stopový biogenní prvek, jehož přísun ovlivňuje řadu metabolických pochodů v organismu, mimo jiné tvorbu hormonů štítné žlázy – tyroxinu a trijodtyroninu. Využívá se i pro své antiseptické a desinfekční účinky. Přestože se v současné době setkáváme s řadou antisepticky účinných preparátů s výhodnějšími vlastnostmi, jsou např. jsou šetrnější k pokožce, zaujímají lékopisné roztoky jodu stále významné místo v dermatologii při ošetření ran.

Absolventská práce je rozdělena na teoretickou a experimentální část. Cílem teoretické části je popsat vlastnosti jodu a jeho roztoků, jejich lokální účinky a také vysvětlit princip metod, kterými se jod v těchto roztocích stanovuje. Zaměřuje se na význam jodu pro organismus a objasňuje, proč se jod využívá jako antiseptická látka.

Experimentální část je založena na stanovení obsahu jodu a jodidu draselného v jednotlivých officinálních roztocích a sledování jejich obsahu v čase v závislosti na podmínkách uchovávání, což je primárním cílem této práce. Popisuje jak přípravu, tak průběh vlastního měření spolu s následným zpracováním dat a prezentaci výsledků formou tabulek a grafů. Analyzované roztoky jsou během experimentu vystaveny nevyhovujícím podmínkám, a to působení chladu a světla.

Vzhledem k tomu, že jsou tyto roztoky poměrně nestabilní při nesprávném skladování, považuji zpracování své práce za přínosné nejen pro odborníky, kteří se setkávají s jejich přípravou nebo výdejem, ale i pro samotné pacienty.

2 Teoretická část

Následující kapitoly podrobněji pojednávají o vlastnostech jodu a jeho důležitosti pro lidský organismus. Navazují kapitoly týkající se officinálních roztoků, jejich využití v praxi, a také jejich analýzy co se týče obsahu jodu a jodidu draselného.

2.1 Jod

Jod patří mezi významné biogenní prvky pro lidský organismus. Má vliv na řadu fyziologických dějů. Je např. důležitý pro správné fungování štítné žlázy, růst a správný vývoj všech orgánů, zásadním způsobem zasahuje do energetického metabolismu nebo pozitivně ovlivňuje reprodukci. Proto by neměly být příznaky jeho nedostatku nebo nadbytku podceňovány.

2.1.1 Historie jodu

Jod byl objeven náhodně francouzským chemikem Bernardem Curtoisem na počátku 19. století. Curtois se zabýval výrobou ledku (dusičnanu draselného) do střelného prachu, k jehož odbytu dopomohly vrcholící napoleonské války. Zároveň se v té době ztížil dovoz surovin, které byly důležité právě pro výrobu ledku. Curtois hledal alternativní cesty, a tak našel zdroj draselných solí v popelu mořských řas vyplavených podél Normandie. Popel z řas se později ukázal za nepříliš vhodnou volbu, protože obsahoval spoustu dalších chemických látek, které po přidání horké vody spolu reagovaly za vzniku nerozpustných nánosů. Jednoho dne přidal více kyseliny než obvykle a všiml si vznikající fialové páry, kondenzující v podobě lesklých krystalků na chladných stěnách nádoby. Poté tyto krystalky dále zkoumal, ale neúspěšně [28] [32].

V jeho práci pokračoval slavný chemik Joseph Louis Gay-Lussac s H. Davym. Po intenzivním zkoumání již v roce 1813 identifikoval Lussac novou substanci, která svými vlastnostmi připomínala chlor. Pro nový prvek navrhl název ioeides (překl. fialový) [32].

2.1.2 Výskyt jodu v prostředí

Jod je poměrně vzácný a velmi reaktivní prvek, proto se vyskytuje v přírodě ve formě sloučenin; jodidů a jodičnanů. Je vázaný v horninách, odkud se vyplavuje do oceánů. Na pevnině jeho obsah klesá, neboť je vymýván dešťovou vodou a následně se dostává do moří [3].

Významným zdrojem jodu je nejen zelenina pěstovaná na půdě bohaté na jod, ale i například mořské řasy, mořské ryby, minerální vody, mléko a mléčné výrobky, vejce aj. [4].

2.1.3 Význam jodu pro organismus

Jod je pro vývoj lidského organismu a růst nepostradatelný. Je základním stavebním kamenem hormonů produkovaných štítnou žlázou (tyroxin a trijodtyronin). Podporuje fungování nervové soustavy, její vývoj a diferenciaci, ovlivňuje kognitivní funkce, kontrakci a relaxaci svalů. Je důležitý k udržení tělesné teploty a také hraje klíčovou roli v udržení zdravé pokožky, nehtů a vlasů [37].

Doporučený denní příjem jodu pro děti nad 12 let a dospělé se uvádí 150 µg. V těhotenství kvůli fyziologickým změnám stoupá spotřeba jodu na 250 µg/den. Podobně kojící ženy by měly zvýšit příjem jodu, protože mateřské mléko tvoří jediný zdroj jodu pro kojence a je významný pro jeho tělesný a mentální vývoj. Doporučený přívod jodu shrnuje tab. 1 [27] [38].

Tabulka 1: Doporučený denní příjem jodu [40]

Populační skupina	Doporučená denní dávka jodu (µg/den)
Děti < 2 roky	90
Dospělí (15-49 let)	150
Těhotné ženy	250
Kojící ženy	250

Protože je jod vylučován ledvinami, je hlavním ukazatelem stavu zásobení jodem jodurie (koncentrace jodu v moči). U dospělých může nedostatek jodu (pod 50 µg/l) vést k nedostatečné produkci hormonů štítné žlázy. Tento stav se nazývá hypotyreóza, kdy je narušena regulace srdeční frekvence, tělesné teploty a tělesné hmotnosti. Mezi další příznaky patří únava, letargie, slabost, citlivost na chladné prostředí, suchá kůže, zácpa, přibývání na váze až zvětšení štítné žlázy (struma) [24] [38].

Mezi osoby ohrožené nedostatkem jódu patří ti, kteří nepoužívají jodovanou sůl, vegani nebo lidé žijící v oblastech s vyšší nadmořskou výškou, kde se v půdě jod téměř nevyskytuje. Na dostatečný příjem jodu by měly dbát také těhotné nebo kojící ženy a ženy v přechodu.

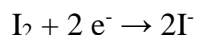
Opakem hypotyreózy je nadprodukce hormonů štítné žlázy (hypertyreóza), která může být mimo jiné způsobena předávkováním jodu. Pokud se nejedná o dlouhodobý zvýšený příjem jodu (okolo 1mg/den u dospělého), neměla by vysoká akutní dávka způsobit zdravému člověku větší zdravotní potíže. Příčinou hypertyreózy mohou být mimo jiné například Graves-Basedowova choroba, polynodózní struma, poporodní tyroiditida, amiodaronová tyroiditida. Klinicky se projevuje zrychlenou srdeční činností, třesem, průjmami, nervozitou, poruchou menstruačního cyklu, snížením hmotnosti apod. [26] [32].

Těžká otrava jodem je však vzácná. Pokud k ní dojde, projevuje se horečkou, bolestí břicha, nevolností, zvracením, pocitem pálení v ústech, krku a žaludku až kómatem [22] [26].

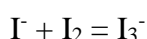
2.1.4 Chemické vlastnosti jodu

Po chemické stránce se jod řadí mezi halogeny, což jsou prvky 17. (VII. A) skupiny periodické soustavy prvků. Již název *halogeny (solitvorné)* pochází z řečtiny *chalos* (mořská sůl) a *gennao* (tvořím), odkazuje na schopnost těchto prvků sloučovat se přímo s kovy za vzniku solí. Za standardních podmínek existují jako dvouatomové molekuly. Všechny halogeny jsou barevné (jsou schopné absorbovat záření ve viditelné oblasti spektra). Díky tomu jsou reakce halogenů citlivé na světlo a lze tak ovlivnit jejich stabilitu. Halogeny mají vysokou elektronegativitu, která klesá s rostoucím protonovým číslem (jod má nejnižší elektronegativitu). Ve stejném trendu stoupá jejich teplota tání a varu. Všechny halogeny se chovají jako oxidační činidla. Jejich oxidační účinky klesají

s rostoucím atomovým číslem [2] [4] [7]. Oxidačně-redukční reakce u jodu probíhají podle následujícího schématu:



Sloučeniny a reakce halogenů: Chemická reaktivita těchto prvků je poměrně velká a klesá v řadě od fluoru k jodu. Slučují se s řadou prvků (s většinou kovů i nekovů) na halogenidy, z nichž nejstálější jsou halogenidy s jodem. Ve vodném roztoku disociují na anionty jodidové, které se ochotně slučují s molekulami jodu:



Tato schopnost tvorby polyhalogenidových aniontů se vyskytuje i u ostatních halogenů a roste se stoupajícím atomovým číslem. Tvorba polyjodidových aniontů má význam především pro usnadnění rozpouštění jodu ve vodě [7] [8].

Fyzikálně-chemické vlastnosti jodu: Jod je pevná látka černé barvy s kovovým leskem. Teploty tání a varu jódu jsou nejvyšší mezi halogeny:

- teplota tání 113,7 °C,
- bod varu 184,35 °C.

Jod již za pokojové teploty sublimuje. Jeho páry jsou intenzivně fialově zbarvené a toxické (leptají sliznice a oči) [2] [8].

V článku o jodu Českého lékopisu se upřesňuje jeho rozpustnost v různých rozpouštědlech. Je velmi těžce rozpustný ve vodě, dobře rozpustný v polárních rozpouštědlech jako je 96% ethanol. Snadno se rozpouští v koncentrovaném roztoku jodidů, čehož se využívá při přípravě jeho roztoků. V glycerolu je těžce rozpustný [9].

2.1.5 Zásady při práci s jodem

Jod má slabé oxidační účinky, neměl by proto přijít do styku se snadno oxidujícími látkami. Vzhledem k tomu, že rozkládá většinu organického materiálu, doporučuje se používat skleněné nádoby pro přípravu a uchovávání nejen jodu, ale i jeho roztoků. Stabilita těchto roztoků je poměrně nízká. Je nutné je uchovávat pečlivě uzavřené, nesmí se používat korkové nebo pryžové zátky, aby se zamezilo těkavosti jodu.

2.1.6 Toxicita jodu

Při opakované expozici ať už požitím jodu, vdechováním jeho par nebo stykem s kůží způsobuje jod vážné podráždění očí, kůže a štítné žlázy. Za toxickou dávku se považuje příjem jodu více než 1,1 mg/den. Klinicky se projevuje pálivým pocitem v ústech, hrdle, žaludku. Stav je doprovázen zvracením, horečkou až kómatem. Je vysoce toxický také pro vodní organismy [23] [33].

Z uvedeného vyplývá, že s pevnými krystaly jódu je nutno zacházet velmi opatrně. Roztoky, které vykazují vysokou koncentrací elementárního jódu, jako je jódomá tinktura, nebo jsou používány dlouhodobě, mohou způsobit vážné poškození tkáně.

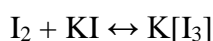
2.1.7. Příklady využití jodu ve farmacii

Jod vykazuje velmi dobré antiseptické vlastnosti, čímž našel významné uplatnění v oblasti hojení ran a desinfekce operačního pole. Vedle roztoků, kterými se tato práce zabývá, se na trhu objevuje řada komerčních přípravků na bázi PVP/I₂ (poly-*N*-vinylpyrrolidon) pod různými obchodními názvy jako např. Betadine [5]. Jod se také již řadu let používá v nukleární medicíně. Radioizotopy jodu (I¹²³, I¹³¹) ve formě NaI jsou aplikovány pacientům s tyreopatiemi, při terapii karcinomu štítné žlázy. Radioaktivní jod je vychytáván folikulárními buňkami štítné žlázy a umožňuje tak zobrazení funkčního parenchymu štítné žlázy [39].

2.2 Jodid draselný

Je jedním z hojně používaných halogenidů. Podle Českého lékopisu je to bílý prášek velmi snadno rozpustný ve vodě, snadno rozpustný v glycerolu a dobře se rozpouští v 96% ethanolu [10].

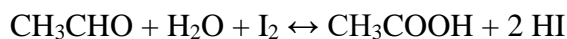
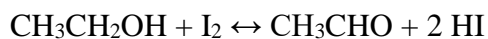
V přípravě roztoků hraje důležitou roli jako solubilizační látka, tzn. usnadňuje rozpouštění jodu ve vodě. Jod se vodě velmi těžce rozpouští, přídavek jodidu draselného vede k tvorbě trijodidových aniontů, díky nimž se rozpustnost jodu zvyšuje. Děj vyjadřuje následující rovnice:



Jodid draselný navíc stabilizuje přípravky s obsahem jodu, jinak by docházelo k rozkladným reakcím za vzniku kyselých produktů jako kyselina jodná a jodovodíková:



Také v lihovém roztoku zpomaluje jodid draselný reakce, které vedou ke snížení stability podle následující reakce:



Při reakci vznikají dráždivé produkty HI a kyselina octová. Po přidání jodidových aniontů ve formě KI se rovnováha reakce posune doleva. Tím se rozkladné reakce v roztoku zpomalí [29].

Jodid draselný se v lékařství používá ve formě tablet k prevenci vychytávání radioaktivního jodu v případě havárie s únikem izotopu radioaktivního jodu.

2.3 Kožní tekutiny

Jod se pro své antiseptické vlastnosti používá v řadě roztoků k lokální terapii. Jejich obecná charakteristika je popsána v Českém lékopisu, konkrétně v článku *Liquida cutanea*. Jedná se o tekuté přípravky různé viskozity a konzistence určené k místnímu účinku. Jsou to roztoky, emulze nebo suspenze, které obsahují jednu nebo více léčivých látek ve vhodném vehikulu. Mohou obsahovat vhodné protimikrobní látky, antioxidační látky a jiné pomocné látky např. stabilizátory, emulgátory nebo látky zvyšující viskozitu [11].

2.3.1 Jod a jeho lokální účinky

V praxi se využívají oxidační vlastnosti jodu, stejně jako např. u chloru. Je to velmi účinné nespecifické antiseptikum, u něhož byly prokázány fungicidní a baktericidní účinky. Působí i na viry a patogenní prvoky. Přesný mechanismus působení zůstává zatím neznámý. Předpokládá se snadný a rychlý průnik jodu dovnitř mikroorganismu a oxidace jeho klíčových proteinů, nukleotidů nebo mastných kyselin [25] [31].

2.3.2 Lugolův roztok

Je vodný roztok jodu; v Českém lékopisu je uveden v Národní části pod monografií *Iodi solutio aquosa*, kde je popsán jako jodový roztok s přísadou jodidu draselného. Je to tmavě červenohnědá tekutina s charakteristickým zápachem. Obsahuje 0,90 % až 1,10 % jodu a 2,4 % až 2,6 % jodidu draselného [14].

Historie: Objev tohoto roztoku sahá do 19. století, kdy v roce 1829 připravil Jean Lugol recept na vodný roztok jodidu draselného. Tento francouzský badatel a lékař zjistil, že kombinace destilované vody, jódu a jodidu draselného velmi příznivě působí na pacienty s hypotyreózou a zlepšuje funkci štítné žlázy. A také předpokládal, že pravidelné podávání tekutiny by mělo chránit štítnou žlázu před karcinogenním zářením [17].

Význam: Lugolův roztok a další preparáty obsahující jodid se již téměř století používají jako adjuvantní - pomocná terapie u pacientů s Gravesovou chorobou plánovanou k tyreoidektomii (chirurgické odstranění štítné žlázy). Otázkou však zůstává, jaké dávky by měly být nasazeny, zda by měl být použit předoperačně u všech tyreoidektomií nebo jen u několika vybraných, pokud vůbec. Přijatelné denní dávky by

měl vždy stanovit lékař. Roztok se podává i v případě, je-li pacient alergický na standardní léčbu tyreostatiky (látky k léčbě hypertyreózy) nebo je tato léčba neúčinná. V terapii tyreotoxické krize se z důvodu nežádoucích účinků doporučuje kombinovat tyreostatika s dalšími látkami jako jsou jodové preparáty [18] [21].

Tento roztok se používá nejen pro své antiseptické účinky, ale dokáže reagovat např. s vinutou strukturou škrobu za vzniku modrého zbarvení. Tohoto efektu se využívá v analytické chemii. Dále je důležitou látkou v buněčné diagnostice v mikrobiologii nebo při barvení histologických preparátů [16].

2.3.3 Glycerolový roztok jodu

Tento roztok se též nazývá jodglycerin. V Českém lékopisu je uveden pod monografií Iodi solutio glycerolica, kde se popisuje jako tmavě červenohnědá sirupovitá tekutina charakteristického zápachu s přísadou jodidu draselného. Tento roztok obsahuje 0,90 % až 1,10 % volného jodu a 9,25 % až 10,75 % jodidu draselného [13].

Používá se především na infekty dutiny ústní doprovázené zánětlivou reakcí. Obsahuje vysoký podíl glycerolu, což napomáhá lepšímu ulpívání roztoku na pokožce a prodlužuje působení jodu. Řeší defekty způsobené mechanickým poraněním po chirurgických výkonech (stomatologické zákroky) nebo se jím potírají mandle, dásně, herpetické afly nebo nosní sliznice [16] [25] [36].

2.3.4 Ethanolický roztok jodu

V praxi se můžeme setkat s názvem jodová tinktura. V Českém lékopisu se uvádí pod monografií Iodi solutio ethanolica. Ethanolický roztok jodu je dalším vysoce účinným desinfekčním prostředkem. Jedná se o tmavě červenohnědou tekutinu, charakteristického zápachu s obsahem jodu v rozmezí 6,4 % až 6,6 % a 2,4 % až 2,6 % jodidu draselného [14].

Využití: Již v roce 1908 se začal tento roztok používat ke sterilizaci operativního pole. Na objevení jeho účinku se podílel italský lékař Antonio Grossich. Aplikuje se do okolí poranění, ale vzhledem k vysokému obsahu ethanolu není k pokožce tak šetrný. Také vysoký obsah jódu může vést častěji k podráždění než dříve uvedené roztoky. Je také součástí roztoků k léčbě plísňových onemocnění (spolu s kyselinou benzoovou,

salicylovou a kafrovým lihem v Solutio Fraeser) nebo našel využití jako desinfekční prostředek povrchové vody k pití [17].

Jeho ředěný roztok Iodi solutio ethanolica diluta (ředěný 96 % ethanolem v poměru 1:1), který není lékopisný, se stal vzhledem k méně dráždivým účinkům vhodnějším antiseptickým prostředkem na kůži. Na rozdíl od jodové tinktury jej lze vydat bez lékařského předpisu [20].

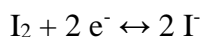
Jodové roztoky se uchovávají v obalech, které nereagují s jodem, nejlépe skleněných. Musí být chráněny před světlem [35].

2.4 Stanovení obsahu jodu v roztoku

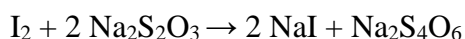
Jod má oxidačně-redukční vlastnosti, čehož se využívá k jeho stanovení řadou metod. Nejčastější a nejjednodušší metodou je titrace.

Titrace: Při této analytické metodě se k roztoku analyzovaného vzorku přidává odměrný roztok o přesně známé koncentraci. Bod ekvivalence se zjišťuje ze spotřebovaného objemu odměrného roztoku, které je ekvivalentní k látkovému množství stanovované látky. Odpovídá tedy stavu, kdy veškerá stanovovaná látka právě zreaguje s odměrným roztokem. K co nejpřesnějšímu určení objemu spotřebovaného roztoku se používají indikátory, které v bodě ekvivalence změní zbarvení roztoku [6]. V případě stanovení jodu pomocí odměrného roztoku thiosíranu sodného dojde k odbarvení roztoku jodu.

Při reakci mezi odměrným roztokem a analytem může docházet k přenosu elektronů v roztoku. Takový typ titrace se nazývá redoxní. Na tomto principu je založena jodometrie čili titrace, při které se jod redukuje na jodid podle rovnice:



Pro určení množství uvolněného jodu v jodových roztocích se využívá titrace odměrným roztokem thiosíranu sodného:



Podle výše uvedené reakce vystupuje thiosíranový ion jako středně silné redukční činidlo. Reaguje s jodem, který redukuje, a sám se oxiduje na tetrathionan. K určení bodu ekvivalence se jako indikátor používá suspenze škrobu, jenž tvoří s trijodidovým iontem modrý komplex. Toto zbarvení souvisí s prostorovým uspořádáním molekuly škrobu (β amylosa) a absorpcí jodu na tuto sloučeninu. Při titracích thiosíranem se přidává až ke konci titrace, neboť se rozkládá v přítomnosti velkého množství jodu. Škrobová suspenze je též náchylná k růstu bakterií. Její rozkladné produkty by narušily měření, proto je nutné připravit tento indikátor vždy čerstvý nebo jej stabilizovat vhodnými bakteriostatickými látkami [16].

2.5 Stanovení obsahu jodidu draselného v roztoku

Toto stanovení se opírá o elektrochemické metody, konkrétně potenciometrii.

Elektrochemické metody

Jsou analytické metody, které využívají ke stanovení látek elektrochemické principy. Jednou z nich je potenciometrie založená na měření napětí elektrochemického článku tvořeného indikační a referentní (srovnávací) elektrodou [1] [12].

Potenciometrie

Patří k nejčastěji používaným analytickým metodám, které jsou vhodné jak ke zjištění bodu ekvivalence při titracích, tak pro stanovení obsahu analytů. Je to metoda, u které se bod ekvivalence vyhodnocuje objektivně z potenciometrické křivky.

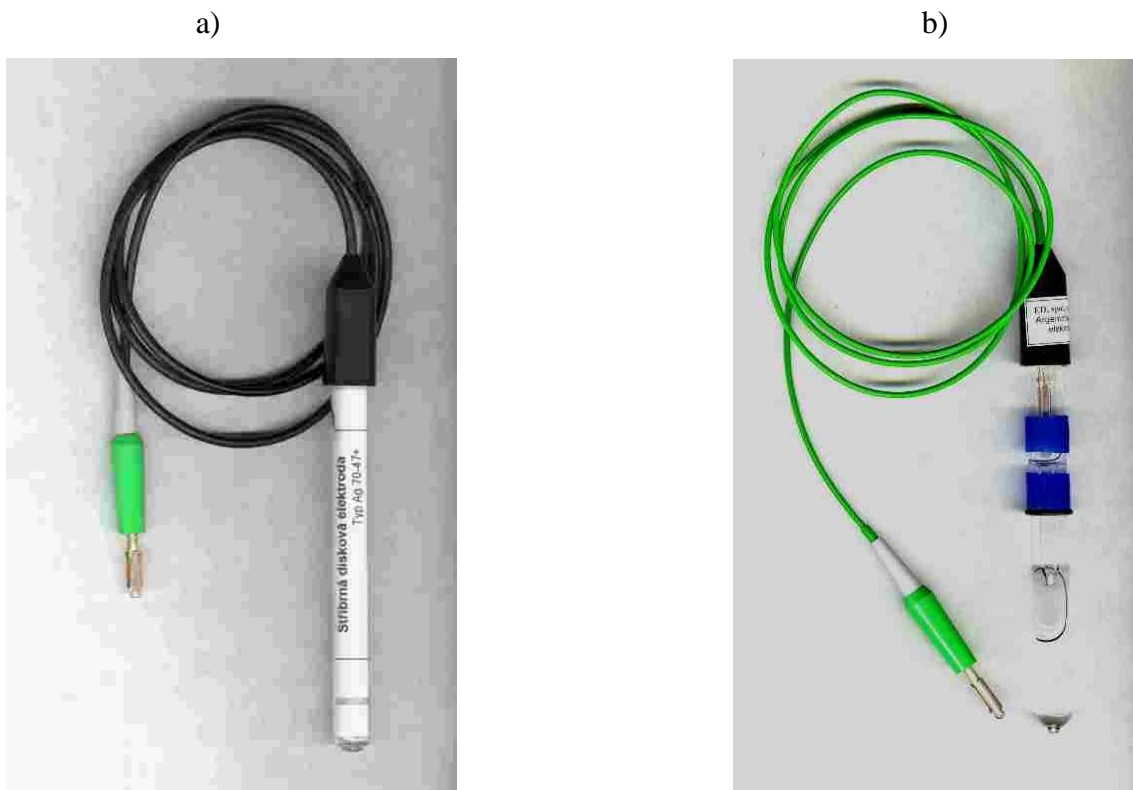
Potenciometrie je založená na stanovení analytu ze změřeného napětí elektrochemického článku tvořeného dvěma elektrodami – měrnou, která je ponořená do analyzovaného vzorku, a referentní spojenou s roztokem solným můstkem [19]. Měření se provádí v bezproudovém stavu. Toto uspořádání se nazývá přímá potenciometrie, kdy se stanovuje koncentrace analytu přímo u jednotlivých vzorků. Napětí článku je rovno rozdílu napětí elektrod měrné a srovnávací:

$$\Delta E = E_{\text{ind}} - E_{\text{ref}}$$

Referentní elektroda tvoří poločlánek, jehož potenciál je známý a nezávisí na koncentraci analytu. Její elektrodový potenciál je tedy konstantní. V praxi se používají často elektrody druhého druhu – tvořené kovem pokrytým vrstvou jeho málo rozpustné soli a ponořené do roztoku obsahující anion této soli [5].

Indikační elektroda, jejíž potenciál závisí na koncentraci sledovaného iontu v roztoku, je selektivní pro daný analyt. Nejčastěji se používají elektrody prvního druhu tvořené kovem ve tvaru drátku ponořeným do roztoku svých solí [16].

V rámci absolventské práce byla použita kombinovaná elektroda – spojení měrné a srovnávací elektrody na jednom nosiči. Měrnou elektrodu tvořila stříbrná elektroda indikující koncentraci stříbrných iontů. Jako referentní elektroda sloužila argentschloridová tvořená stříbrným drátkem ponořeným do roztoku chloridu draselného. Drátek byl pokryt vrstvičkou chloridu stříbrného.



Obrázek 1: Stříbrná disková elektroda (a), argentschloridová elektroda (b) [34] [30]

Pro stanovení jodidu draselného v roztoku se používá potenciometrická titrace, u níž se bod ekvivalence určuje měřením závislosti elektrochemického napětí na přidaném množství titračního činidla. Jako odměrný roztok se používá dusičnan stříbrný (odtud argentometrie). Z titrační křivky se zpětně určí konec titrace a ze spotřeby odměrného roztoku se stanoví obsah analytu. Touto metodou lze získat výsledky spolehlivější než při vizuální indikaci bodu ekvivalence, což je vhodné zvláště pro zakalené nebo intenzívně zbarvené roztoky [19]. Je to metoda selektivní, rychlá a nedestruktivní.

3 Experimentální část

V praktické části jsou uvedeny podrobné postupy přípravy officinálních roztoků jodu spolu s přesnými postupy analýzy jak jodu, tak jodidu draselného. Na začátku v kapitole 3.1 jsou vytyčeny cíle této části, pokračuje se metodikou práce a v dalších kapitolách jsou detailněji rozebírány postupy měření a výpočty potřebné ke zjištění obsahu jodu a jodidu draselného.

3.1 Cíl práce

Cílem praktické části absolventské práce je stanovení obsahu jodu v officinálních roztocích jodu v závislosti na podmínkách a délce uchovávání.

Soubor:

Ke stanovení byly připraveny tři officinální roztoky s obsahem jodu:

- Iodi solutio aquosa,
- Iodi solutio ethanolica,
- Iodi solutio glycerolica.

3.2 Metodika práce

Příprava a stanovení officinálních roztoků jodu a jodidu draselného se provádělo podle doporučení Českého lékopisu 2017. Ihned po přípravě se z každého roztoku odebralo potřebné množství roztoku a stanovil se v něm obsah jodu titrací a jodidu draselného potenciometricky. Každý z těchto roztoků byl poté uchováván v odlišných podmínkách. Jedna část roztoků byla skladována v průhledných odměrných baňkách a vystavena přímému dennímu světlu v laboratoři při pokojové teplotě. Druhá část roztoků se skladovala v lednici při teplotě 5 °C. Další měření se provádělo po uplynutí doby použitelnosti jednotlivých roztoků a pak v pravidelných intervalech. Po každém měření se výsledky měření zaznamenaly do tabulek a následně byly graficky a matematicky zpracovány. Přehled analyzovaných lékopisných roztoků uvádí následující Tabulka 1.

Tabulka 2: Doporučený denní příjem jodu [40]

Česky	Latinsky [ČL]	Obsah I ₂ [ČL]	Obsah KI [ČL]	Použitelnost [ČL]
Vodný roztok jodu	Iodi solutio aquosa	0,90 – 1,10 %	2,4 – 2,6 %	4 měsíce
Lihový roztok jodu	Iodi solutio ethanolica	6,4 – 6,6 %	2,4 – 2,6 %	2 měsíce
Glycerolový roztok jodu	Iodi solutio glycerolica	0,90 – 1,10 %	9,25 – 10,75 %	4 měsíce

3.3 Lugolův roztok

Tento roztok byl připraven dle Českého lékopisu 2017.

Pomůcky: kádinka, hodinová sklíčka, váhy s přesností na čtyři desetinná místa, plastová lžička, skleněná tyčinka, gáza, tmavé skleněné láhve a odměrné baňky pro uskladnění roztoků, nálevka.

Chemikálie: volný jod, jodid draselný, čištěná voda.

Postup přípravy:

Do vytárované kádinky se navázilo 18,75 g KI a 18,8 g čištěné vody, až se jodid draselný rozpustil. Poté se přidalo 7,5 g jodu a po jeho rozpuštění se roztok doplnil čištěnou vodou do 750,0 g. (Příprava podle ČL 2017).

Roztok byl nakonec filtrován přes gázu do tmavé skleněné láhve a uchováván v lednici při teplotě 5 °C. Stejné množství roztoku bylo připraveno a uchováváno ve velké odměrné baňce v laboratoři za přímého působení denního světla. Doba použitelnosti tohoto roztoku dle doporučení ČL je 4 měsíce, při skladování v obalu nereagujícím s jodem, při teplotě 15 – 25 °C bez přístupu světla.

3.4 Glycerolový roztok jodu

Tento roztok byl připraven dle Českého lékopisu 2017.

Pomůcky: viz kapitola 3.3.

Chemikálie: volný jod, jodid draselný, čištěná voda, 85% glycerol.

Postup přípravy:

Do vytárované kádinky se postupně navážilo 75,0 g KI a 75,0 g čištěné vody. Jakmile se rozpustil, přidalo se 7,5 g jodu. Po jeho rozpuštění se roztok doplnil 85% glycerolem do 750,0 g. (Příprava podle ČL 2017)

Takto připravený roztok byl zfiltrován přes skládanou gázu do velké tmavé láhve a uchováván v lednici při 5 °C. Stejně množství připraveného roztoku se uchovávalo za stejných podmínek jako předchozí roztok. Doba použitelnosti tohoto roztoku dle doporučení ČL je 4 měsíce, při skladování v obalu nereagujícím s jodem, při teplotě 15 – 25 °C bez přístupu světla.

3.5 Ethanolický roztok jodu

Roztok byl připraven podle Českého lékopisu 2017.

Pomůcky: viz kapitola 3.3.

Chemikálie: volný jod, jodid draselný, čištěná voda, 96% ethanol.

Postup přípravy:

Do vytárované kádinky se navážilo 18,75 g KI, který se rozpustil v 63,0 g čištěné vody a 48,75 g jodu. Pak se roztok doplnil 96 % ethanolem do 750,0 g a zfiltroval přes gázu do tmavé láhve (příprava podle ČL 2017)

Roztok byl připraven dvakrát a uchováván za stejných podmínek jako předchozí roztoky. Doba použitelnosti tohoto roztoku dle doporučení ČL jsou 2 měsíce, při skladování v obalu nereagujícím s jodem, při teplotě 15–25 °C bez přístupu světla.

3.6 Stanovení obsahu jodu

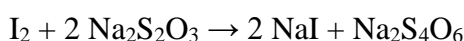
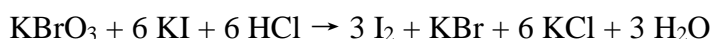
Volný jod se ve všech roztocích stanovoval titračně pomocí jodometrie. Před vlastním měřením procentuálního obsahu jodu v roztocích bylo třeba nejdříve určit přesnou koncentraci odměrného roztoku thiosíranu sodného $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ o koncentraci 0,1 mol/l.

3.6.1 Stanovení přesné koncentrace 0,1 mol/l $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Pomůcky: byreta, stojan na byretu, držák, titrační baňky, analytické váhy, odměrný válec, pipety, pipetovací balónek, nálevka.

Chemikálie: 0,1M $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 0,033M KBrO_3 , 10 % KI, 25% HCl, čištěná voda, škrob RS (přípravený podle ČL 2017; 1,0 g rozpustného škrobu se rozetře s 5,0 ml čištěné vody a přidá se k 100,0 ml vroucí vody)

Postup: K 10,0 ml *bromičnanu draselného (0,033 mol/l VS)* se přidalo 40 ml čištěné vody, 10 ml *jodidu draselného RS* a 5 ml *kyseliny chlorovodíkové R1*. Roztok byl titrován odměrným roztokem thiosíranu sodného za použití 1 ml *škrobu RS* jako indikátoru. Titrace byla ukončena po odbarvení roztoku. Označení R nebo RS poukazuje na zkoumadlo, VS je označení pro odměrné roztoky (Český lékopis 2017). Průběh titrace vyjadřují rovnice:



Byla provedena tři stanovení, ze kterých se vypočítala průměrná spotřeba odměrného roztoku. Výpočet přesné koncentrace thiosíranu sodného na 4 desetinná místa:

Průměrná spotřeba thiosíranu sodného: $V_{\text{prům}} = 19,2 \text{ ml}$

$$\frac{n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}{n(\text{KBrO}_3)} = \frac{6}{1} \rightarrow n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 6 \cdot n(\text{KBrO}_3)$$

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 6 \cdot c(\text{KBrO}_3) \cdot V(\text{KBrO}_3)$$

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{6 \cdot 0,033 \cdot 0,01}{0,0192} = 0,1031 \text{ mol/l}$$

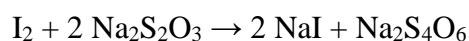
Přesná koncentrace thiosíranu sodného určena standardizací byla 0,1031 mol/l.

3.6.2 Stanovení obsahu jodu v Lugolově roztoku

Pomůcky: stojan, byreta, titrační baňky, držáky, pipety, analytické váhy, pipetovací balónek, filtrační papír.

Chemikálie: 0,1M Na₂S₂O₃, čištěná voda, škrobový roztok (viz kap. 3.6.1), připravené jodové roztoky.

Postup: 2,500 g roztoku se zředilo 20 ml čištěnou vodou a titrovalo *thiosíranem sodným 0,1 mol/l VS* do světle žlutého zbarvení. Potom se přidal 1 ml *škrobu RS* a dotitrovalo se do odbarvení roztoku. Průběh reakce znázorňuje rovnice:



Titrace byla provedena 3krát jak u roztoku skladovaném v chladu, tak na světle.



Obrázek 2: Titrace Lugolova roztoku thiosíranem sodným (Zdroj: vlastní zpracování)

Příklad výpočtu procentuálního obsahu jodu v roztoku:

Navážka (Lugolův roztok)	2,5415 g
Koncentrace Na₂S₂O₃	0,1031 mol/l
Spotřeba Na₂S₂O₃	2,0 ml
Relativní atomová hmotnost jodu	126,904

Výpočet obsahu jodu v Lugolově roztoku:

$$\frac{n(\text{I}_2)}{n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)} = \frac{1}{1}$$

$$n(\text{I}_2) = \frac{c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}{2}$$

$$\frac{m(\text{I}_2)}{M(\text{I}_2)} = \frac{c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}{2}$$

$$m(\text{I}_2) = \frac{c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot M(\text{I}_2)}{2} = 0,1031 \cdot 0,002 \cdot 126,904 = \\ = 0,0262 \text{ g}$$

Procentuální obsah jodu je dán:

$$w = \frac{0,0262}{2,5415} = 0,0103 \rightarrow 1,03 \%$$

Obsah jodu v Lugolově roztoku byl stanoven 1,03 %.

3.6.3 Stanovení obsahu jodu v ethanolicém roztoku jodu:

Pomůcky: stojan, byreta, titrační baňky, držáky, pipety, analytické váhy, pipetovací balónek, filtrační papír.

Chemikálie: 0,1M $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, čištěná voda, škrobový roztok (kapitola 3.6.1), připravené jodové roztoky.

Postup: 3,500 g roztoku se zředilo 20 ml čištěnou vodou a titrovalo *thiosíranem sodným 0,1 mol/l VS* do světle žlutého zbarvení. Potom se přidal 1 ml *škrobu RS* a dotitrovalo se do odbavení roztoku (Český lékopis 2017).

Titrace se prováděla 3krát u obou skladovaných roztoků. Při výpočtu procentuálního obsahu jodu se postupovalo stejně jako v kapitole 3.6.2

3.6.4 Stanovení obsahu jodu v glycerolovém roztoku jodu

Pomůcky: stojan, byreta, titrační baňky, držáky, pipety, analytické váhy, pipetovací balónek, filtrační papír.

Chemikálie: 0,1M $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, čištěná voda, škrobový roztok (kapitola 3.6.1), připravené jodové roztoky.

Postup: 5,000 g roztoku se zředilo 20 ml vody R a titrovalo *thiosíranem sodným* 0,1 mol/l VS do světle žlutého zbarvení. Potom se přidal 1 ml *škrobu RS* a dotitrovalo se do odbarvení roztoku (Český lékopis 2017).

Titrace byla provedena 3× u obou roztoků. Při výpočtu procentuálního obsahu jodu se postupovalo stejně jako v kapitole 3.6.2.

3.7 Stanovení obsahu jodidu draselného potenciometricky

Před vlastním měřením bylo třeba určit přesnou koncentraci odměrného roztoku 0,1 mol/l. AgNO₃ na 4 desetinná místa.

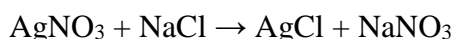
3.7.1 Stanovení přesné koncentrace 0,1 mol/l AgNO₃

Pomůcky: stojan na byretu, svorky, držáky, byreta, nálevka.

Chemikálie: 5 % HNO₃, normalan NaCl 0,1000 mol/l, čištěná voda.

Postup: Ke stanovení bylo místo navážky základní látky použit normalan NaCl 0,1000 mol/l. K 10,0 ml normalanu se přidalo 5 ml *kyseliny dusičné zředěné RS* a roztok se zředil čištěnou vodou na 50 ml. Roztok se titroval odměrným roztokem dusičnanu stříbrného za potenciometrické indikace bodu ekvivalence (Český lékopis 2017).

Titrace se prováděla 3×. Její průběh znázorňuje následující rovnice:



Spotřeby odměrného roztoku se zaznamenaly a vypočítaly se přesné koncentrace roztoku AgNO₃. Tyto hodnoty se pak zprůměrovaly a zjištěná koncentrace byla 0,1011 mol/l.

Ukázka výpočtu přesné koncentrace AgNO₃:

Spotřeba odměr. roztoku: $V = 9,87$ ml

$$\frac{n(\text{NaCl})}{n(\text{AgNO}_3)} = \frac{1}{1}$$

$$n(\text{AgNO}_3) = n(\text{NaCl})$$

$$c(\text{AgNO}_3) \cdot V(\text{AgNO}_3) = c(\text{NaCl}) \cdot V(\text{NaCl})$$

$$c(\text{AgNO}_3) = \frac{c(\text{NaCl}) \cdot V(\text{NaCl})}{V(\text{AgNO}_3)} = \frac{0,1 \cdot 0,01}{0,00987} = 0,1013 \text{ mol/l}$$

Přesná koncentrace AgNO₃ při spotřebě 9,87 ml byla určena 0,1013 mol/l.

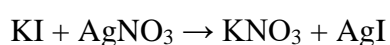
3.7.2 Stanovení obsahu KI v Lugolově roztoku

Pomůcky: stojan, držáky, elektromagnetická míchačka, míchadlo, voltmetr, elektroda pro argentometrii, byreta, analytické váhy, pipety, pipetovací balónek, nálevka.

Chemikálie: 0,1M AgNO₃, 5 % H₂SO₄, jodové roztoky, čištěná voda.

Postup: 5,000 g Lugolova roztoku se zředilo 40 ml čištěné vody, přidalo se 5 ml *kyseliny sírové zředěné RS*. Kádinka s roztokem a vloženým míchadlem se postavila na elektromagnetickou míchačku. Kombinovaná elektroda opláchnutá čištěnou vodou se ponořila do Lugolova roztoku a po 1,0 ml se přidával odměrný roztok *dusičnanu stříbrného 0,1 mol/l VS* (Český lékopis 2017). V okolí očekávaného bodu ekvivalence se přidával po 0,2 ml. Po každém přidavku odměrného roztoku se odečetla hodnota elektrochemického napětí na voltmetru.

Měření se provádělo 3× obdobně jako u ostatních měření, tzn. u roztoku skladovaného jak v chladu, tak za světla. Reakce probíhá dle rovnice:



Obrázek 3: Titrace Lugolova roztoku dusičnanem stříbrným (Zdroj: vlastní zpracování)

Postup výpočtu procentuálního obsahu KI v Lugolově roztoku:

Výsledky potenciometrického měření a doplňujících parametrů potřebných k výpočtu obsahu KI byly zaznamenány do tabulek a dále matematicky zpracovány. Pro doplnění je uveden i příklad grafického vyhodnocení spotřeby odměr. roztoku (viz též popisek pod tabulkou).

Tabulka 3: Naměřené hodnoty elektrochemického napětí měrné elektrody a doplňující hodnoty k výpočtům

V [ml]	U[mV]	V*	$\delta U/\delta V$	V**	$\delta^2 U/\delta^2 V$
0	-375				
1	-369	0,5	6		
2	-363	1,5	6	1	0
3	-356	2,5	7	2	1
4	-348	3,5	8	3	1
5	-337	4,5	11	4	3
6	-319	5,5	18	5	7
6,2	-314	6,1	25	5,8	11,66667
6,4	-309	6,3	25	6,2	0
6,6	-304	6,5	25	6,4	5,51E-13
6,8	-298	6,7	30	6,6	25
7	-284	6,9	70	6,8	200
7,2	-274	7,1	50	7	-100
7,4	-240	7,3	170	7,2	600
7,6	48	7,5	1440	7,4	6350
7,8	79	7,7	155	7,6	-6425
8	89	7,9	50	7,8	-525
8,2	102	8,1	65	8	75
8,4	113	8,3	55	8,2	-50
8,6	126	8,5	65	8,4	50
8,8	129	8,7	15	8,6	-250
9	137	8,9	40	8,8	125
9,5	145	9,25	16	9,075	-68,5714
10	158	9,75	26	9,5	20
10,5	165	10,25	14	10	-24
11	179	10,75	28	10,5	28
12	187	11,5	8	11,125	-26,6667
13	192	12,5	5	12	-3

$$\text{kde } V^* = \frac{V_1+V_2}{2} ; \frac{\delta U}{\delta V} = \frac{U_3-U_2}{V_3-V_2} ; V^{**} = \frac{V^*_{*1}+V^*_{*2}}{2} ; \frac{\delta^2 U}{\delta^2 v} = \frac{\delta U_3-\delta U_2}{V^*_{*3}-V^*_{*2}}$$

V – objem přidávaného odměrného roztoku,

U – naměřené elektrochemické napětí,

$\delta U/\delta V$ – 1. derivace titrační křivky (největší sklon v inflexním bodě),

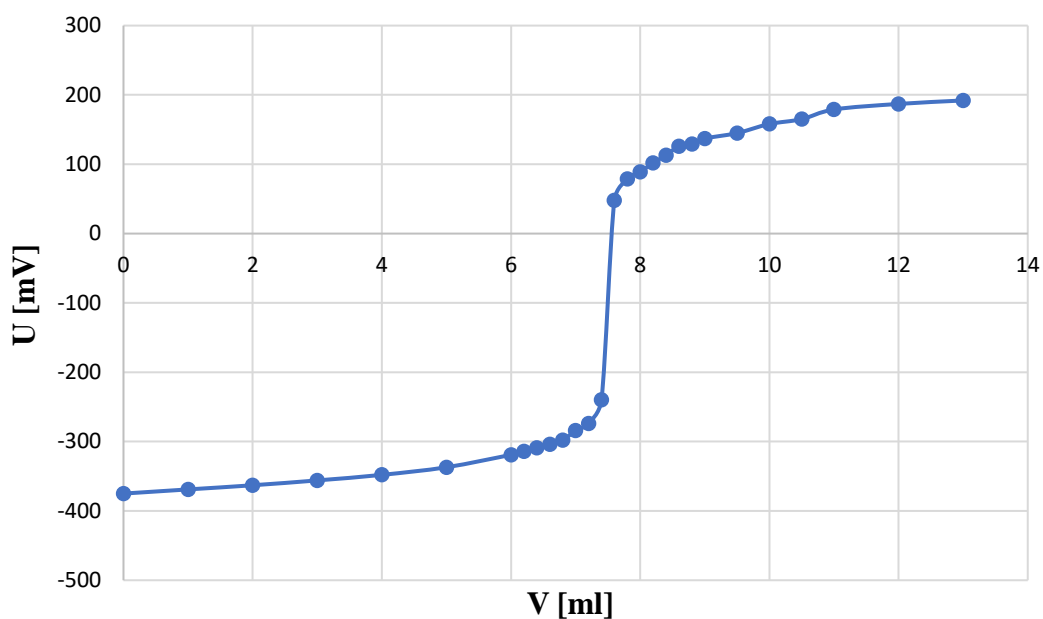
$\delta^2 U/\delta^2 V$ – 2. derivace titrační křivky.

Pro výpočet spotřeby odměrného roztoku byly použity hodnoty ve zvýrazněných polích tabulky 3, tedy poslední kladná a první záporná hodnota 2. derivace. Přesnou spotřebu odměrného roztoku v bodě ekvivalence určíme pomocí následujícího vztahu:

$$V_{BE} = V_1^{**} - \delta^2 U_1 \frac{V_2^{**} - V_1^{**}}{\delta^2 U_2 - \delta^2 U_1} = 7,4 - 6350 \cdot \frac{7,6 - 7,4}{-6425 - 6350} = 7,50 \text{ ml}$$

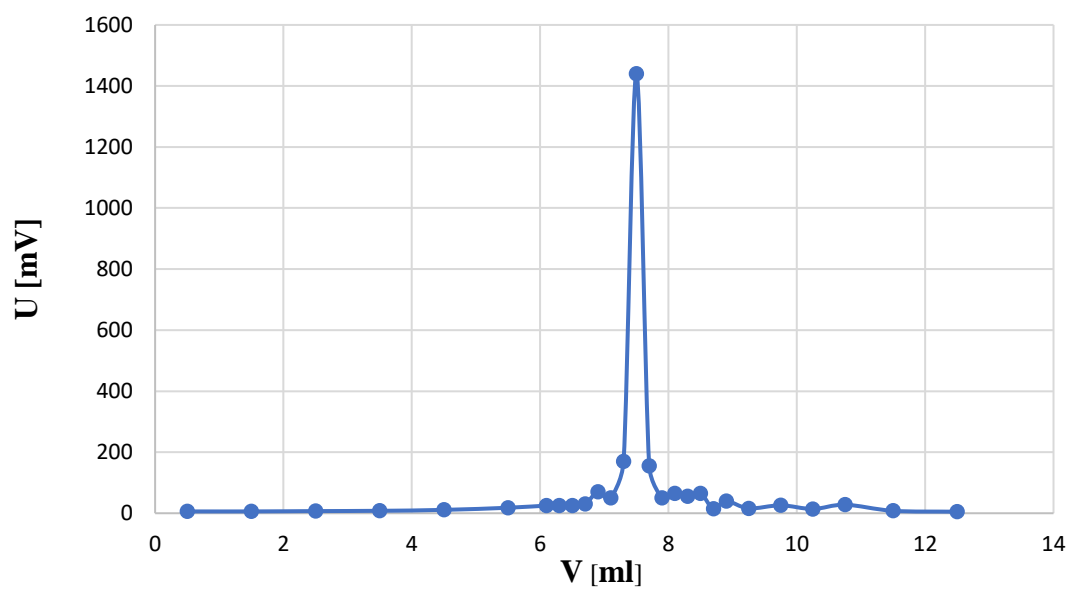
Grafické zobrazení bodu ekvivalence je uvedeno v grafu 1.

Graf1: Titrační křivka argentometrie – Lugolův roztok

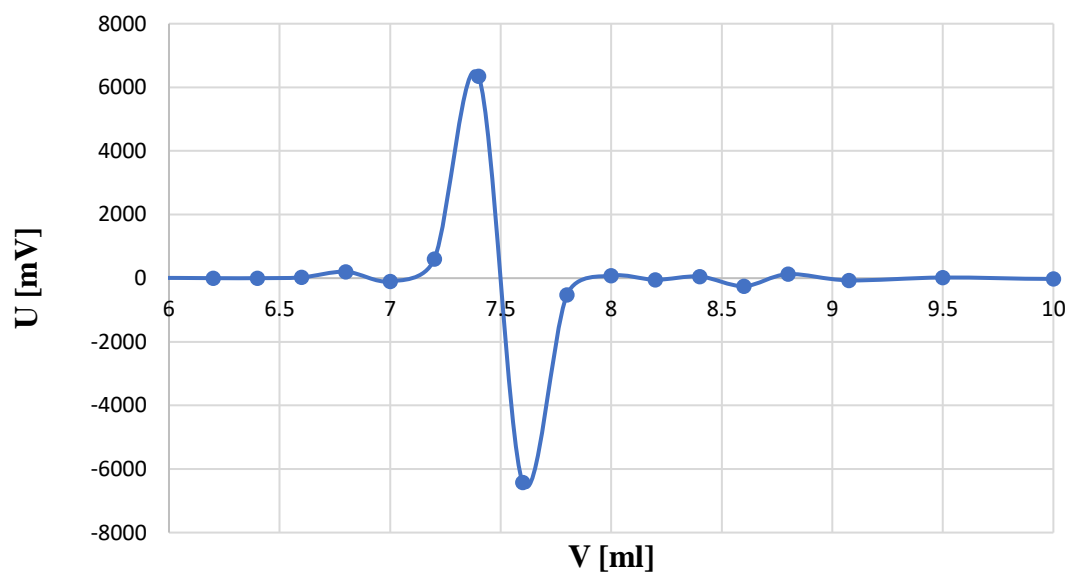


Bod ekvivalence se nachází v inflexním bodu závislosti potenciálu na množství přidaného odměrného roztoku AgNO_3 .

Graf 2: Průběh 1. derivace titrační křivky



Graf 3: Průběh 2. derivace titrační křivky



Následně byl z vypočítané spotřeby odměrného roztoku určen obsah jodidu draselného v zkoumaném roztoku.

Výpočet obsahu KI v Lugolově roztoku:

Navážka (Lugolův roztok)	5,0515 g
Koncentrace AgNO₃	0,1011 mol/l
Spotřeba AgNO₃	7,50 ml
Molární hmotnost KI	166,003 g/mol

Obsah jodidu draselného:

$$\frac{m}{M} = c \cdot V \rightarrow m = c \cdot V \cdot M = 0,1011 \cdot 0,0075 \cdot 166,003 = 0,1259 \text{ g}$$
$$w = \frac{0,1259}{5,0515} = 0,0249 \rightarrow 2,49\%$$

Obsah jodidu draselného při tomto stanovení byl zjištěn 2,49 %.

3.7.3 Stanovení obsahu KI v ethanolickém roztoku jodu:

Pomůcky: stojan, držáky, magnetická míchačka, míchadlo, voltmetr, elektroda pro argentometrii, byreta, analytické váhy, pipety, pipetovací balónek.

Chemikálie: 0,1M AgNO₃, 3 % H₂SO₄, jodové roztoky, čištěná voda.

Postup: 5,000 g roztoku se zředilo 40 ml destilované vody, přidalo se 5 ml *kyseliny sírové zředěné RS* a titrovalo se *dusičnanem stříbrným 0,1 mol/l VS* za potenciometrické indikace bodu ekvivalence (Český lékopis 2017).

Titrace obou roztoků byla provedena 3×. Z naměřených hodnot se matematicky vypočítal obsah KI v roztoku (postup výpočtu uveden v kapitole 3.7.2).

3.7.4 Stanovení obsahu KI v glycerolovém roztoku jodu:

Pomůcky: stojan, držáky, magnetická míchačka, míchadlo, voltmetr, elektroda pro argentometrii, byreta, váhy s přesností na čtyři desetinná místa, pipety, pipetovací balónek.

Chemikálie: 0,1M AgNO₃, 5 % H₂SO₄, jodové roztoky, čištěná voda.

Postup: 1,200 g roztoku se zředilo 40 ml destilované vody, přidalo se 5 ml *kyseliny sírové zředěné RS* a titrovalo se *dusičnanem stříbrným 0,1 mol/l VS* za potenciometrické indikace bodu ekvivalence (Český lékopis 2017).

Titrace se provedla 3× u obou roztoků. Z naměřených hodnot se matematicky vypočítal obsah KI v roztoku (postup výpočtu uveden v kapitole 3.7.2).

4 Výsledky

V této části absolventské práce jsou shrnuty výsledky měření. U každého z analyzovaných roztoků jsou uvedeny tabulky se zjištěným obsahem jodu i jodidu draselného. Výsledky jsou doplněny grafy a komentářem ke zjištěným hodnotám. Jak již bylo uvedeno v kapitole 3.2, připravené roztoky byly rozděleny na dvě poloviny a uchovávány v podmínkách, kterými byla ověřena stabilita těchto roztoků. Část se skladovala v chladu při teplotě 5 °C a část byla exponována přímému slunečnímu záření. Doba použitelnosti se u jednotlivých roztoků liší a je stanovena Českým lékopisem. V následujících kapitolách je vždy u příslušného roztoku uvedena doba použitelnosti spolu s povoleným obsahem jodu a jodidu draselného.

4.1 Analýza Lugolova roztoku

Ke stanovení obsahu jodu se využívá podle doporučení Českého lékopisu titrace odměrným roztokem thiosíranu sodného (kapitola 2.4). Jodid draselný se stanovuje argentometrickou titrací pomocí odměrného roztoku dusičnanu stříbrného (kapitola 2.5). Doba použitelnosti uvedena v Českém lékopisu je 4 měsíce.

4.1.1 Stanovení obsahu jodu

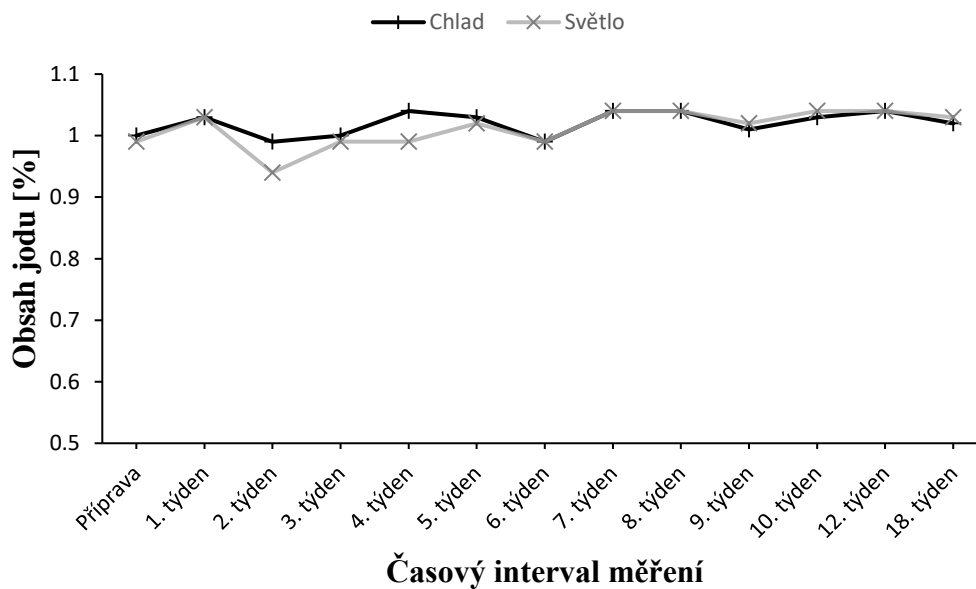
Obsah jodu byl stanoven jodometricky. Jak již bylo uvedeno v kapitole 2.3.2, Český lékopis povoluje obsah jodu v Lugolově roztoku v rozmezí 0,90 % až 1,10 %. V následující tabulce jsou zaznamenány výsledky měření ihned po přípravě a dále v týdenních intervalech po uplynutí doby použitelnosti.

Tabulka 4: Obsah jodu v Lugolově roztoku

Časový interval měření	Obsah jodu [%]	
	Roztok skladovaný v chladu	Roztok skladovaný na světle
Ihned po přípravě roztoku		
	1,00	0,99
Po uplynutí doby použitelnosti		
1. týden	1,03	1,03
2. týden	0,99	0,94
3. týden	1,00	0,99
4. týden	1,04	0,99
5. týden	1,03	1,02
6. týden	0,99	0,99
7. týden	1,04	1,04
8. týden	1,04	1,04
9. týden	1,01	1,02
10. týden	1,03	1,04
12. týden	1,04	1,04
18. týden	1,02	1,03

Výsledky v tabulce 4 ukazují, že obsah jodu v roztoku skladovaném v chladu se pohybuje v rozmezí 0,99 až 1,04 %. Z hodnot u roztoku uchovávaného na světle je patrné, že obsah jodu je v rozmezí 0,94 až 1,04 %. Z toho vyplývá, že po celou dobu měření žádný roztok nepřekročil svým obsahem jodu povolené rozmezí stanovené Českým lékopisem. Získané údaje jsou uvedeny v následujícím grafu.

Graf 4: Porovnání zjištěného obsahu I_2 v Lugolově roztoku skladovaném v chladu a na světle



4.1.2 Stanovení obsahu jodidu draselného

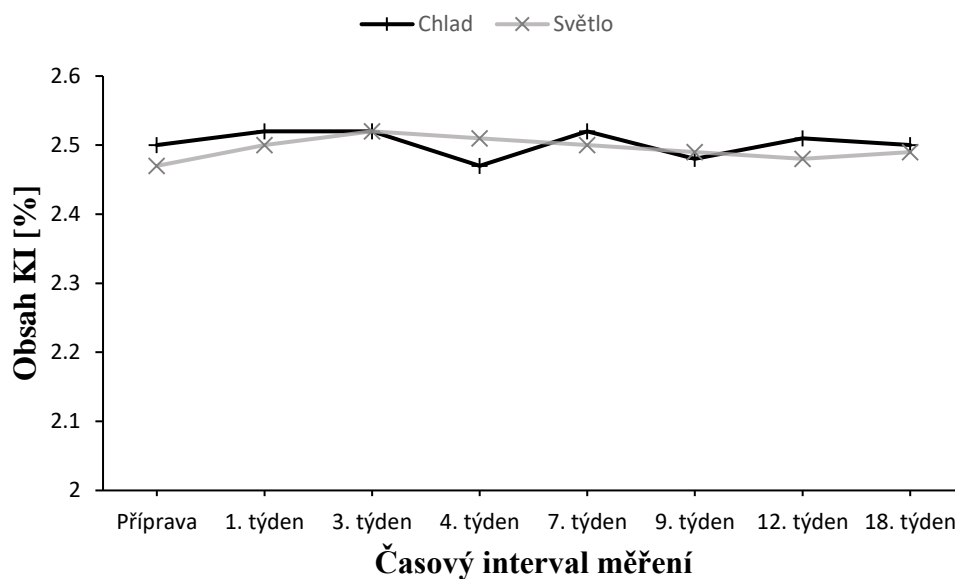
Stanovení jodidu draselného bylo provedeno argentometricky (kapitola 3.7.2). Český lékopis uvádí pro tento roztok povolený obsah jodidu draselného v rozmezí 2,4 % až 2,6 %. Interval měření byl oproti stanovení jodu z časových důvodů pozměněn. V tabulce 5 jsou shrnuty výsledky výpočtů.

Tabulka 5: Obsah jodidu draselného v Lugolově roztoku

Časový interval měření	Obsah jodu [%]	
	Roztok skladovaný v chladu	Roztok skladovaný na světle
Ihned po přípravě roztoku		
	2,50	2,47
Po uplynutí doby použitelnosti		
1. týden	2,52	2,50
3. týden	2,52	2,52
4. týden	2,47	2,51
7. týden	2,52	2,50
9. týden	2,48	2,49
12. týden	2,51	2,48
18. týden	2,50	2,49

Z tabulky 3 je zřejmé, že v případě roztoku uchovávaném v chladu se obsah jodidu draselného pohyboval v rozmezí 2,48 % až 2,52 %. U roztoku skladovaném na světle se obsah jodidu draselného výrazně nelišil, pohyboval se v rozmezí 2,47 % až 2,52 %. Z uvedených výsledků vyplývá, že obsah jodidu draselného zůstává v požadovaném rozmezí i po čtyřech měsících uchování od uplynutí doby použitelnosti v nastavených podmínkách. Z výše uvedených údajů byl sestaven graf, který porovnává zjištěný obsah KI v roztoku skladovaném v chladu a na světle.

Graf 5: Porovnání zjištěného obsahu KI v Lugolově roztoku skladovaném v chladu a na světle



4.2 Analýza ethanolickeho roztoku jodu

Ethanolickeý roztok jodu byl analyzován obdobně jako Lugolův roztok. Jod se stanovoval jodometricky a jodid draselný argentometricky (kapitola 3.7.1 a 3.7.2). Doba použitelnosti tohoto roztoku je dle Českého lékopisu 2 měsíce.

4.2.1 Stanovení obsahu jodu

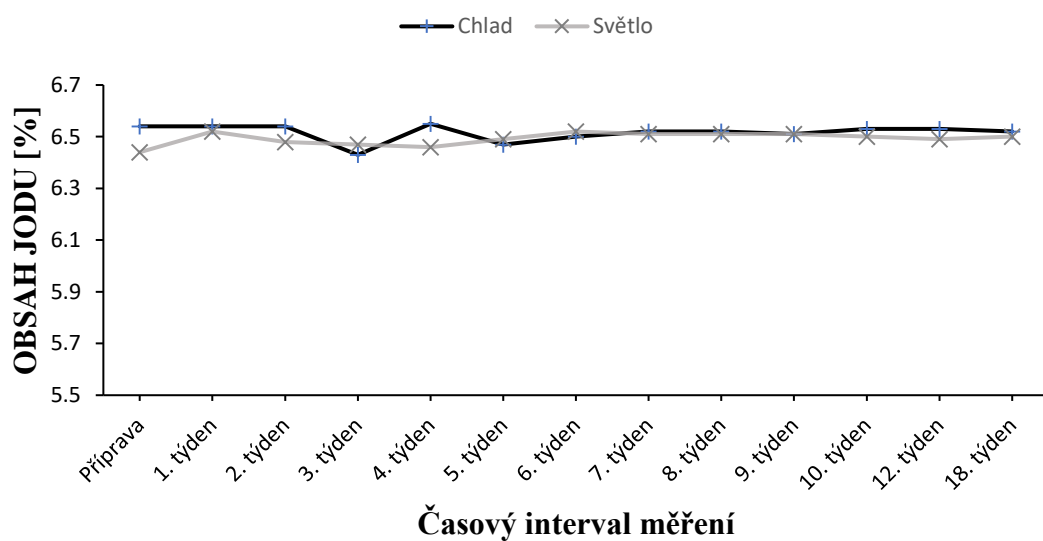
Český lékopis povoluje obsah jodu v ethanolickeém roztoku v rozmezí 6,4 % až 6,6 %. V následující tabulce jsou zaznamenány výsledky zjištěné výpočtem po přípravě a pak v týdenních intervalech po uplynutí doby použitelnosti.

Tabulka 6: Obsah jodu v ethanolickém roztoku jodu

Časový interval měření	Obsah jodu [%]	
	Roztok skladovaný v chladu	Roztok skladovaný na světle
Ihned po přípravě roztoku		
	6,54	6,44
Po uplynutí doby použitelnosti		
1. týden	6,54	6,52
2. týden	6,54	6,48
3. týden	6,43	6,47
4. týden	6,55	6,46
5. týden	6,47	6,49
6. týden	6,50	6,52
7. týden	6,52	6,51
8. týden	6,52	6,51
9. týden	6,51	6,51
10. týden	6,53	6,50
12. týden	6,53	6,49
18. týden	6,52	6,50

V tabulce 4 jsou uvedeny zjištěné hodnoty obsahu jodu v ethanolickém roztoku. Jak je patrné z výsledků, u roztoku skladovaném na světle se obsah jodu pohybuje v rozmezí 6,44 % až 6,52 %. U roztoku skladovaném v chladu je obsah jodu v rozmezí 6,43 % až 6,55 %. Z těchto výsledků lze usoudit, že podmínky uchovávání ani po čtyřech měsících po uplynutí doby použitelnosti neovlivnily obsah jodu v tomto roztoku, neboť se všechny hodnoty nacházejí v povoleném rozmezí uváděném v Českém lékopisu. Výsledky byly pro přehlednost znázorněny v grafu č.6.

Graf 6: Porovnání zjištěného obsahu I_2 v ethanolickém roztoku skladovaném v chladu a na světle



4.2.2 Stanovení obsahu jodidu draselného

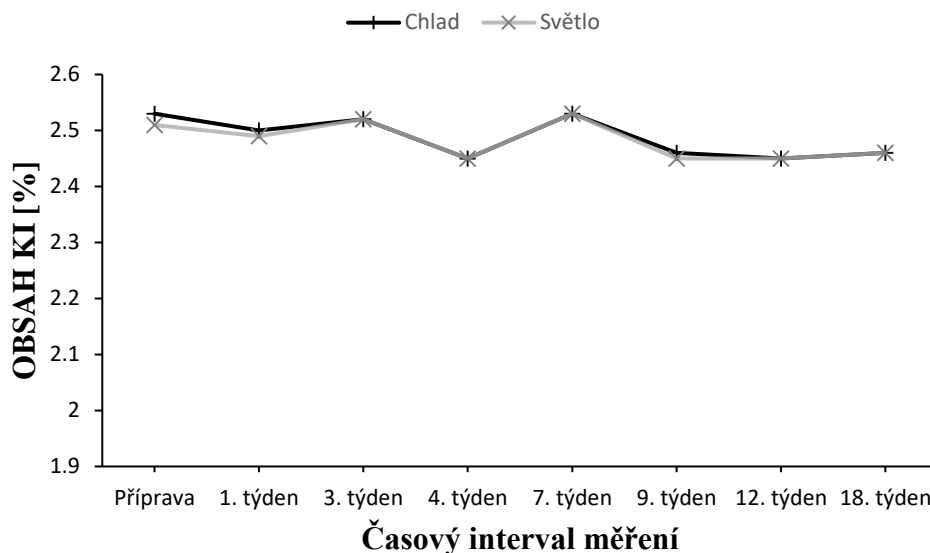
Jodid draselný se stanovoval argentometricky (kapitola 3.7.2). Český lékopis uvádí pro tento roztok povolený obsah jodidu draselného v rozmezí 2,4 % až 2,6 %. Interval měření byl oproti stanovení jodu z časových důvodů pozměněn. V tabulce 7 jsou shrnuty výsledky výpočtů.

Tabulka 7: Obsah jodidu draselného v ethanolickém roztoku jodu

Časový interval měření	Obsah jodu [%]	
	Roztok skladovaný v chladu	Roztok skladovaný na světle
Ihned po přípravě roztoku		
	2,53	2,51
Po uplynutí doby použitelnosti		
1. týden	2,50	2,49
3. týden	2,52	2,52
4. týden	2,45	2,45
7. týden	2,53	2,53
9. týden	2,46	2,45
12. týden	2,45	2,45
18. týden	2,46	2,46

Jak z výše uvedených hodnot vyplývá, u roztoku skladovaném na světle se hodnoty obsahu jodidu draselného pohybují v rozmezí 2,45 % až 2,53 %. Podobně u roztoku uchovávaném v chladu se hodnoty pohybují v rozmezí 2,45 % až 2,53 %. Podmínky uchovávání tedy ani po čtyřech měsících po uplynutí doby použitelnosti nijak neovlivnily obsah jodidu draselného v tomto roztoku. Všechny zjištěné hodnoty se nacházejí v rozmezí povoleném Českým lékopisem. V grafu 7 jsou výsledky zobrazeny v jednotlivých časových intervalech.

Graf 7: Porovnání zjištěného obsahu KI v ethanolicém roztoku skladovaném v chladu a na světle



4.3 Analýza glycerolového roztoku jodu

Glycerolový roztok jodu byl analyzován obdobně jako Lugolův roztok. Postupovalo se podle Českého lékopisu; jod se stanovoval jodometricky a jodid draselný argentometricky (kapitola 3.7.1 a 3.7.2). Doba použitelnosti v Českém lékopisu se uvádí 4 měsíce.

4.3.1 Stanovení obsahu jodu

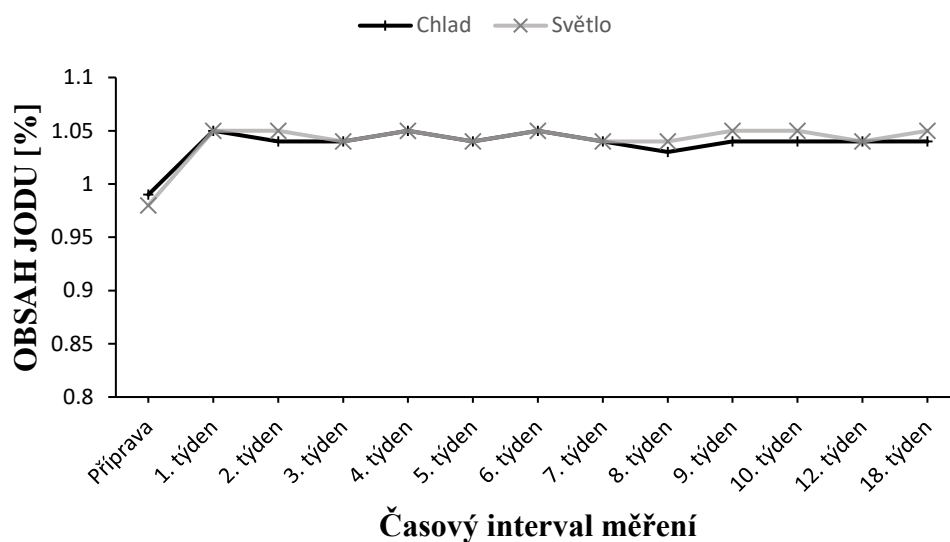
Český lékopis povoluje obsah jodu v glycerolovém roztoku v rozmezí 0,90 % až 1,10 %. V následující tabulce jsou zaznamenány výsledky zjištěné výpočtem ihned po přípravě a dále v týdenních intervalech po uplynutí doby použitelnosti.

Tabulka 8: Obsah jodu v glycerolovém roztoku jodu

Časový interval měření	Obsah jodu [%]	
	Roztok skladovaný v chladu	Roztok skladovaný na světle
Ihned po přípravě roztoku		
	0,99	0,98
Po uplynutí doby použitelnosti		
1. týden	1,05	1,05
2. týden	1,04	1,05
3. týden	1,04	1,04
4. týden	1,05	1,05
5. týden	1,04	1,04
6. týden	1,05	1,05
7. týden	1,04	1,04
8. týden	1,03	1,04
9. týden	1,04	1,05
10. týden	1,04	1,05
12. týden	1,04	1,04
18. týden	1,04	1,05

Z tabulky 8 je patrné, že u roztoku skladovaném v chladu se hodnoty obsahu jodu nacházejí v rozmezí 0,99 % až 1,05 %. Podobně obsah jodu u roztoku skladovaném na světle je v rozmezí 0,98 % až 1,05 %. Z těchto výsledků lze usoudit, že podmínky uchovávání neovlivnily obsah jodu v tomto roztoku. Všechny hodnoty se pohybují v rozmezí uváděném v Českém lékopisu. Výsledky byly dále znázorněny pro přehlednost graficky.

Graf 8: Porovnání zjištěného obsahu I₂ v glycerolovém roztoku skladovaném v chladu a na světle



4.3.2 Stanovení obsahu jodidu draselného

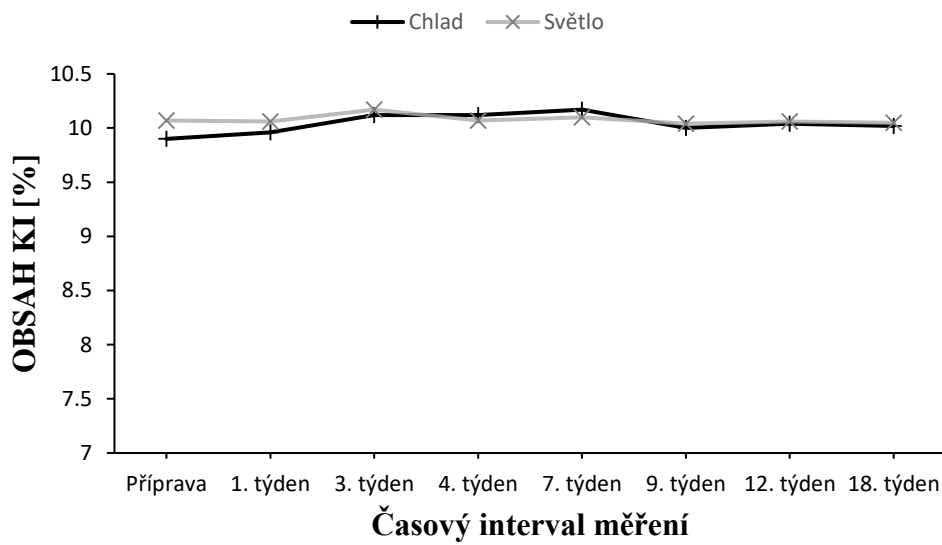
Stanovení obsahu jodidu draselného spočívalo v argentometrii. Postupovalo se podle Českého lékopisu stejně jako u ostatních analyzovaných roztoků (kapitola 3.7.2). Český lékopis uvádí pro tento roztok povolený obsah jodidu draselného v rozmezí 9,25 % až 10,75 %. Interval měření byl oproti stanovení jodu z časových důvodů pozměněn. V tabulce 9 jsou shrnuty výsledky výpočtů.

Tabulka 9: Obsah jodidu draselného v glycerolovém roztoku jodu

Časový interval měření	Obsah jodu [%]	
	Roztok skladovaný v chladu	Roztok skladovaný na světle
Ihned po přípravě roztoku		
	9,90	10,07
Po uplynutí doby použitelnosti		
1. týden	9,96	10,06
3. týden	10,12	10,17
4. týden	10,12	10,07
7. týden	10,17	10,10
9. týden	10,00	10,04
12. týden	10,04	10,06
18. týden	10,02	10,05

Z tabulky 9 je zřejmé, že obsah jodidu draselného v roztoku skladovaném v chladu se pohybuje v rozmezí 9,90 % až 10,17 %. U roztoku skladovaném na světle bylo zjištěno rozmezí 10,04 % až 10,17 %. Po porovnání s rozmezím uváděným v Českém lékopisu vyplývá, že podmínky uchovávání ani po čtyřech měsících po uplynutí doby použitelnosti neovlivnily obsah jodidu draselného v glycerolovém roztoku. Všechny hodnoty se nacházejí v povoleném rozmezí. Výsledky byly zpracovány v grafu 9.

Graf 9: Porovnání zjištěného obsahu KI v glycerolovém roztoku skladovaném v chladu a na světle



5 Závěr

V této absolventské práci se stanovoval obsah jodu a jodidu draselného v oficiálních roztocích v závislosti na podmínkách a délce uchování. Teoretická část, jejíž cíl byl splněn, se zaměřila na popis základních vlastností jodu a jeho významu pro organismus. Byly v ní shrnuty aktuální informace o oficiálních roztocích jodu, jejich účincích a využití v praxi. Další část se věnovala laboratorním metodám, kterými se obsah jodu a jodidu draselného zjišťoval.

Experimentální část této práce se zabývala přípravou oficiálních roztoků jodu a určením obsahu jodu a jodidu draselného v těchto roztocích. Příprava roztoků a postup stanovení obsahu jodu a jodidu draselného se opíraly o doporučení uvedená v Českém lékopisu. Zjištěné hodnoty obsahu jodu a jodidu draselného u všech roztoků byly následně porovnány s údaji, které předkládá Český lékopis. Výpočtem bylo prokázáno, že obsah jodu a jodidu draselného se nevychýlil z povoleného rozmezí u žádného z roztoků uchovávaných v chladu nebo přímo na světle. Nejméně stabilní se odhadoval ethanolický roztok jodu vzhledem k velkému obsahu 96% ethanolu, a tedy kratší doby použitelnosti. Obsah jodu a jodidu draselného se však nezměnil ani po čtyřech měsících od uplynutí doby použitelnosti těchto roztoků. Z výše uvedených výsledků vyplývá, že si analyzované roztoky zachovaly stabilitu i při porušení podmínek uchování doporučené lékopisem. Doba použitelnosti těchto roztoků by mohla být teoreticky prodloužena při dodržení podmínek a zásad uchování.

Vytyčeným cílem praktické části této práce bylo ověřit lékopisnými metodami, jak ovlivňují podmínky a délka uchování obsah jodu a jodidu draselného v oficiálních roztocích. Splnění tohoto cíle ozřejmilo, že jodové roztoky si ponechávají dostatečně antiseptické vlastnosti i po uplynutí doby použitelnosti.

Výsledky této absolventské práce mohou být podnětem pro další zkoumání a možné budoucí přehodnocení doby použitelnosti oficiálních roztoků jodu.

6 Bibliografické citace

6.1 Literární zdroje

[1] BARTOŠ, Martin, Aleš EISNER a Jitka ŠRÁMKOVÁ. *Analytická chemie*. Vydání druhé upravené. Pardubice: Univerzita Pardubice, 2018, s. 149-152. ISBN 978-80-7560-188-9.

[2] BOBROWSKA-GRZESIK, Ewa. *Chemical elements: compendium*. Český Těšín: 2 Theta, 2013, s. 127-130. ISBN 978-80-86380-66-7.

[3] HAMPL, František a Jaroslav PALEČEK. *Farmakochemie*. Praha: Vydavatelství VŠCHT, 2002, s. 295. ISBN 80-7080-495-5.

[4] HOSKOVCOVÁ, Monika a Romana JELÍNKOVÁ. *Analytická chemie-kvalitativní a kvantitativní chemické metody*. Brno: Univerzita obrany, 2021, s. 101-102. ISBN 978-80-7582-424-0.

[5] HOUSECROFT, Catherine E. a A. G. SHARPE. *Anorganická chemie*. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, 2014, s. 578-596. ISBN 978-80-7080-872-6.

[6] KARLÍČEK, Rolf. *Analytická chemie pro farmaceuty*. 3. vyd. Praha: Karolinum, 2007, s. 196. Učební texty Univerzity Karlovy v Praze. ISBN 978-80-246-1453-3.

[7] KLIKORKA, Jiří, Bohumil HÁJEK a Jiří VOTINSKÝ. *Obecná a anorganická chemie*. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1985, s. 292.

[8] KRÄTSMÁR-ŠMOGROVIČ, Juraj. *Všeobecná a anorganická chémia: učebnica pre farmaceutické fakulty*. Martin: Osveta, 1994, s. 335. Vysokoškolské učebnice. ISBN 80-217-0532-9.

[9] Ministerstvo zdravotnictví ČR, Český lékopis, 2017, s. 2512, Grada Publishing, ISBN 978-80-271-0500-7.

[10] Ministerstvo zdravotnictví ČR, Český lékopis, 2017, s. 2593, Grada Publishing, ISBN 978-80-271-0500-7.

[11] Ministerstvo zdravotnictví ČR, Český lékopis, 2017, s. 1040, Grada Publishing, ISBN 978-80-271-0500-7.

[12] Ministerstvo zdravotnictví ČR, Český lékopis, 2017, s. 117, Grada Publishing, ISBN 978-80-271-0500-7.

[13] Ministerstvo zdravotnictví ČR, Český lékopis, 2017, s. 5089, Grada Publishing, ISBN 978-80-271-0500-7.

[14] Ministerstvo zdravotnictví ČR, Český lékopis, 2017, s. 5088, Grada Publishing, ISBN 978-80-271-0500-7.

[15] ŘEHULA, Milan. *Návody k základním praktickým cvičením z farmaceutické technologie*. Praha: Karolinum, 2013, s. 28-29. Učební texty Univerzity Karlovy v Praze. ISBN 978-80-246-2378-8.

[16] SKOOG, Douglas A., Donald M. WEST, F. James HOLLER a Stanley R. CROUCH. *Analytická chemie*. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, 2019, s. 475-523. ISBN 978-80-7592-043-0.

[17] ŠKLUBALOVÁ, Zdeňka. *Základní praktická cvičení z farmaceutické technologie*. Praha: Karolinum, 2020, s.36. Učební texty Univerzity Karlovy. ISBN 978-80-246-4561-2.

[18] VOKURKA, Martin a Jan HUGO, et al. *Velký lékařský slovník*. 5. vydání.,2005, Praha: Maxdorf, 0000. 1008 s. Jessenius; ISBN 80-7345-058-5.

[19] ZÁRUBA, Kamil. *Analytická chemie*. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, 2016, s. 172. ISBN 978-80-7080-950-1.

[20] VÉGH, Roman. *Farmaceutická technologie*. Vydání druhé. Klimkovice: Sepia Soft, 2021, s. 237. ISBN 978-80-908142-0-2.

6.2 Elektronické zdroje:

[21] CALISSENDORF, Jan a Henrik FALHAMMAR. Lugol's solution and other iodide preparations: perspectives and research directions in Graves' disease. *Endocrine* [online]. 2017, 58, 467-473 [cit. 2022-12-10]. Dostupné z: <https://link.springer.com/article/10.1007/s12020-017-1461-8>

[22] Chemistry, Bezpečnostní list Jod, [online], [citace 2022-12-29], Dostupné z <https://chemistry.ujep.cz/userfiles/files/Jod.pdf>

- [23] Jód. Státní zdravotní ústav [online]. [cit. 2023-03-20]. Dostupné z: http://czvp.szu.cz/vedvybor/dokumenty/informace/Info_2006_18_deklas_JOD%20cast1.pdf
- [24] FRYŠÁK, Zdeněk, David KARÁSEK a Milan HALENKA. Hypertyreóza z pohledu klinika. *Interní medicína pro praxi* [online]. 2014, (6), 232-235 [cit. 2022-12-31]. Dostupné z: <https://www.internimedicina.cz/pdfs/int/2014/06/04.pdf>
- [25] GAJDZIOK, Jan. *Choroby dutiny ústní a jejich farmakoterapie* [online]. [cit. 2022-10-11]. Dostupné z: <https://www.pharmanews.cz/clanek/choroby-dutiny-ustni-a-jejich-farmakoterapie/>
- [26] JISKRA, Jan. Akutní stavy v tyreologii. *Kardiologická revue - Interní medicína* [online]. 2015, (2), 172-177 [cit. 2022-11-15]. Dostupné z: <https://www.prolekare.cz/casopisy/kardiologicka-revue/2015-2/akutni-stavy-v-tyreologii-52121/download?hl=cs>
- [27] *Jod* [online]. [cit. 2023-02-15]. Dostupné z: <https://www.nzip.cz/clanek/1150-jod>
- [28] Kelly F. C. (1961). Iodine in Medicine and Pharmacy Since its Discovery-1811-1961. *Proceedings of the Royal Society of Medicine*, 54(10), 831–836.
- [29] MLYNÁŘ, Petr. Jod a jeho sloučeniny v magistraliter přípravě. *FarmiNews* [online]. 2011, (3), 15-17 [cit. 2022-10-30]. Dostupné z: <http://www.edukafarm.cz/data/soubory/casopisy/15/15-jod.pdf>
- [30] *Elektrochemické detektory, s.r.o.* [online]. [cit. 2023-03-20]. Dostupné z: <https://www.elektrochemicke-detektory.cz/elektrochemicke-detektory/Argentchloridova-referentni-elektroda-d36.htm>
- [31] RŮŽIČKOVÁ JAREŠOVÁ, Lucie. Dermatologická externa tekutá. *Dermatologie pro praxi* [online]. 2009, 93-97 [cit. 2022-12-31]. Dostupné z: <https://www.dermatologiepropraxi.cz/pdfs/der/2009/02/11.pdf>
- [32] SMITH, Peter P.A. Iodine, Seaweed, and the Thyroid. *Journal List* [online]. 2021, 10(2), 101-108 [cit. 2023-02-27]. Dostupné z: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC8077470/>

[33] Southern AP, Jwayyed S. Iodine Toxicity. [Updated 2022 Oct 10]. In: StatPearls [Internet]. Treasure Island (FL): StatPearls Publishing; 2022 Jan-. Available from: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/books/NBK560770/>

[34] *Elektrochemické detektory, s.r.o.* [online]. [cit. 2023-03-20]. Dostupné z: <https://www.elektrochemicke-detektory.cz/elektrochemicke-detektory/Stribrna-diskova-elektroda-jednoducha-d64.htm>

[35] SÚKL [online]. [cit. 2023-02-22]. Dostupné z: <https://www.sukl.cz/lekarny/lek-5-verze-10>

[36] ŠKVOR, Pavel. Trendy v terapii chorob trávicího ústrojí: Onemocnění dutiny ústní. *Solutio* [online]. [cit. 2022-12-13]. Dostupné z: <https://www.medon-solutio.cz/online2008/index.php?linkID=txt18&lang=undefined>

[37] Vi1sser TJ: The elemental importance of sufficient iodine intake: a trace is not enough. *Endocrinol* 2006, 147: 2095–2097. 10.1210/en.2006-0203, [online], [citace 2022-12-29], Dostupné z <https://academic.oup.com/endo/article/147/5/2095/2500656>

[38] ZAMRAZIL, V. *Saturace jodem v České republice a ve světě - nedostatky a perspektivy* [online]. 2015, (2), 167-171 [cit. 2023-02-14]. Dostupné z: <https://www.kardiologickarevue.cz/casopisy/kardiologicka-revue/archiv-cisel/2015-2>

[39] KUPKA, Karel, Jozef KUBINYI a Martin ŠÁMAL. *Nukleární medicína* [online]. P3K, 2015 [cit. 2023-03-20]. ISBN 978-80-87343-60-9. Dostupné z: https://www.p3k.cz/odkazy/nuklearni_medicina_skripta2015_fullres.pdf

[40] *Assessment of iodine deficiency disorders and monitoring their elimination* [online]. Third edition. 2007 [cit. 2023-03-20]. ISBN 978 92 4 159582 7. Dostupné z: https://apps.who.int/iris/bitstream/handle/10665/43781/9789241595827_eng.pdf?sequence=1&isAllowed=y